

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**PRIORITY
DOCUMENT**SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

REC'D 19 DEC 2000

WIPO

PCT

EP 00/9014

4

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 199 46 322.0

Anmeldetag: 28. September 1999

Anmelder/Inhaber: Bayer Aktiengesellschaft,
Leverkusen/DE

Bezeichnung: Verfahren zur Konditionierung von
Ionenaustauscherharzen

IPC: B 01 J 39/18

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Anmeldung.

München, den 29. Juni 2000
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Nietex

Verfahren zur Konditionierung von Ionenaustauscherharzen

Die Anmeldung betrifft ein Verfahren zur Konditionierung von Ionenaustauscherharzen, die derart konditionierten Ionenaustauscherharz-Mischungen sowie deren Entsorgung.

Die Entsorgung von gebrauchten Ionenaustauscherharzen auf vernetzter Polystyrolbasis erfolgt im allgemeinen durch Verbrennung einer Suspension der Ionenaustauscherperlen in einem Solvens. Als Suspensionsflüssigkeit wurde hier bislang Wasser verwendet. Diese Art der Entsorgung ist technisch und energetisch aufwendig, da große Volumenmengen transportiert und Wasser verdampft werden muß. Eine alternative Entsorgungsmethode stellt das Auflösen in oxidierenden Lösungen von Fe(II)/Fe(III) in Wasserstoffperoxid dar: JP-A-58 161 898, JP-A- 57 001 446, DE-A- 3 926 252, dieses technisch aufwendige Verfahren ist für radioaktiv belastete Ionenaustauschermaterialien beschrieben, deren thermische Entsorgung Probleme bereitet.

Aufgabe war daher die zu entsorgenden Ionenaustauscherharze in eine einfach zu handhabende Form zu überführen, die leicht entsorgt werden kann.

Es wurde nun gefunden, daß es zu einer Schrumpfung der Ionenaustauscherharze gegenüber dem wasserfeuchten Zustand kommt, wenn die Suspensionsflüssigkeit Wasser durch geeignete organische Lösungsmittel ersetzt wird. Dadurch kann bei gleichbleibendem Feststoffanteil in der Suspension eine größere Menge Ionenaustauscherharz im selben Volumen Suspension transportiert und entsorgt werden.

Gegenstand der Erfindung ist daher ein Verfahren zur Konditionierung von Ionenaustauscherharzen, insbesondere Ionenaustauscherharzen auf Basis vernetzter Polystyrole, insbesondere solche die in Verfahren zur Herstellung von Bisphenolen als Katalysator eingesetzt werden, dadurch gekennzeichnet, daß man die Ionenaustau-

scherharze mit mindestens einer organischen Flüssigkeit versetzt in denen die Harze gegenüber Wasser ein geringeres Volumen aufweisen.

5 Solche Flüssigkeiten sind vorzugsweise aprotische Lösungsmittel und Lösungsmittelgemische wie beispielhaft und vorzugsweise aromatische und aliphatische Ketone, wie insbesondere Aceton und MIBK, aromatische und aliphatische Kohlenwasserstoffe, wie insbesondere Hexan, Heptan, Dieselöle, Leichtölfractionen, Heizöle, Altöle und/oder Ether. Bevorzugt sind leichte Heizöle, Dieselöle und Altöle sowie flüssige Rückstände aus Destillationsanlagen die bei der Herstellung oder Aufarbeitung der oben genannten organischen Flüssigkeiten anfallen.

10 Die Menge der Flüssigkeiten die den Ionenaustauscherharzen zugesetzt werden, können durch Vorversuche leicht bestimmt werden. Es werden vorzugsweise solche Mengen eingesetzt, daß der Feststoffanteil in der im allgemeinen als Suspension vorliegenden Mischung von Ionenaustauscherharz/Flüssigkeit 40 bis 85 Vol.-%, bevorzugt 55 bis 65 Vol.-% beträgt. Bevorzugt sind Mischungsverhältnisse von 1 bis 2, insbesondere 1,3 bis 1,5 Gewichtsteilen Harz zu 2 bis 0,5, insbesondere 1,5 bis 1 Volumenteil Flüssigkeit.

20 Die Ionenaustauscherharz-Flüssigkeitsmischung kann durch einfaches Verrühren der Bestandteile hergestellt werden. Die Mischung ist leicht pumpfähig. Durch die erfindungsgemäße Konditionierung kann bei gleichbleibendem Feststoffanteil in der Mischung eine größere Menge Harz im selben Volumen transportiert und entsorgt werden als in den bekannten Wassersuspensionen. Außerdem ist die Entsorgung durch Verbrennung der erfindungsgemäßen Mischung energetisch günstiger.

25 Die nachfolgenden Beispiele dienen zur Erläuterung der Erfindung. Die Erfindung ist nicht auf die Beispiele limitiert.

Beispiel

In einem normierten Meßzylinder werden 50 g eines in der Synthese von Bisphenol A aus Aceton und Phenol eingesetztes Ionenaustauscherharzes (sulfoniertes, vernetztes Polystyrol, Vernetzungsgrad 2 %) 50 ml des zu testenden Lösungsmittels suspendiert. Die Suspension wird 10 min bei RT stehen gelassen. Es kommt hierbei zur Quellung (= Volumenzunahme des Feststoffanteils) bzw. Schrumpfung (= Volumenabnahme des Feststoffanteils). Durch portionsweises Nachdosieren von gebrauchtem Ionenaustauscher und/oder Lösungsmittel und anschließendes Äquilibrieren (10 min Stehen bei RT) wird das Gesamtvolumen der Suspension auf 150 ml und der Feststoffanteil auf 56 Vol.-% (= 85 ml) eingestellt. Die Mengen an suspendiertem Ionenaustauscher und benötigtem Lösungsmittel sind in Tabelle 1 dargestellt:

Tabelle 1:

Menge Ionenaustauscher und Lösungsmittel in 150 ml einer Suspension mit 56 Vol.-% Feststoffanteil

Lösungsmittel	Wasser (Stand der Technik)	Methanol	Aceton	MIBK	Dieselöl
Menge	50 g	82 g	125 g	120 g	115 g
Ionenaustauscher					
Menge	115 ml	90 ml	75 ml	80 ml	80 ml
Lösungsmittel					

Somit kann bei einer Suspendierung in z.B. Dieselöl die 2.3-fache Menge Ionenaustauscher im gleichen Volumen Suspension entsorgt werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Konditionierung von Ionenaustauscherharzen, dadurch gekennzeichnet, daß man Ionenaustauscherharze mit mindestens einer organischen Flüssigkeit versetzt, in denen die Harze gegenüber Wasser ein geringeres Volumen annehmen.
5
2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Flüssigkeit aprotische Lösungsmittel bzw. Lösungsmittelgemische eingesetzt werden.
3. Verfahren gemäß Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Flüssigkeit aromatische und/oder aliphatische Ketone, aromatische und/oder aliphatische Kohlenwasserstoffe und/oder Ether eingesetzt werden.
10
4. Verfahren gemäß Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß als Flüssigkeit Harzöle, Dieselöle, Altöle und/oder flüssige Rückstände aus Destillationsanlagen eingesetzt werden.
15
5. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Mischungsverhältnis von Ionenaustauscherharzen zu Flüssigkeit 1 bis 2 Gewichtsteil Harz zu 2 bis 0,5 Volumenteilen Flüssigkeit ist.
20
6. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Mischungsverhältnis von Ionenaustauscherharz zu Flüssigkeit 1 bis 2 Gewichtsteil Harz zu 1,5 bis 1 Volumenteil Flüssigkeit ist.
25
7. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Mischungsverhältnis von Ionenaustauscherharz zu Flüssigkeit 1,3 bis 1,5 Gewichtsteil Harz zu 1,5 bis 1 Volumenteil Flüssigkeit ist.
30

8. Mischung enthaltend Ionenaustauscher und eine organische Flüssigkeit, gekennzeichnet durch einen Feststoffanteil von 40 bis 85 Volumen-%.
- 5 9. Verfahren zur Entsorgung von Ionenaustauscherharzen, dadurch gekennzeichnet, daß die Ionenaustauscher in einer organischen Flüssigkeit suspendiert und anschließend verbrannt werden.

Verfahren zur Konditionierung von Ionenaustauscherharzen

Z u s a m m e n f a s s u n g

Die Anmeldung betrifft ein Verfahren zur Konditionierung von Ionenaustauscherharzen, die derart konditionierten Ionenaustauscherharz-Mischungen sowie deren Entsorgung.

THIS PAGE BLANK (USPTO)